Helsinki 9.11.2000

ETUOIKEUSTODISTUS PRIORITY DOCUMENT

JHO



10/089985

Hakija Applicant

Laitinen-Vellonen, Sakari Jyväskylän mlk

Patenttihakemus nro Patent application no 20000111

Tekemispäivä Filling date

20.01.2000

Etaloga ere aktiva era i iki

Priority from appl.

El 19552100

PRIORITY DOCUMENT

Tekemispäivä Filing date

06.10.1999

G01N

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Kansainvälinen luokka International class

Keksinnön nimitys Title of invention

"Menetelmä paperinvalmistusprosessin analysoimiseksi ja sähkökemiallinen anturi nesteen analysoimiseksi"

Täten todistetaan, että oheiset asiakirjat ovat tarkkoja jäljennöksiä patentti- ja rekisterihallitukselle alkuaan annetuista selityksestä, patenttivaatimuksista, tiivistelmästä ja piirustuksista.

description, claims, abstract and drawlings originally liled with the Finnish Patent Office.

> Marketta Tehikoski **Apulaistarkastaja**

Markete Telesters

Maksu

300,- mk

Fee

300,- FIM

FIN-00101 Helsinki, FINLAND

MENETELMÄ PAPERINVALMISTUSPROSESSIN ANALYSOIMISEKSI JA SÄHKÖKE-MIALLINEN ANTURI NESTEEN ANALYSOIMISEKSI

Keksinnön kohteena on menetelmä paperinvalmistusprosessin analysoimiseksi, jossa prosessista mitataan suureita ja määritetään
hyvien prosessitilanteiden mukaisia sormenjälkiä, joihin normaalissa prosessitilanteessa saatuja sormenjälkiä verrataan ja
määritetään oleellisen eron aikaansaavat erot lähtösuureissa.

10 Keksintö koskee myös menetelmän toteuttamiseksi sähkökemiallista eli pelarcorasiista esiveria.

11 tuli pelarcorasiista esiveria.

12 tuliseksi. neksintö ilittyy erityisesti paperinvalmistuksen prosesseihin mutta myös esim. ympäristövesien tutkimus voi tulla kyseeseen.

15

Neuroverkkoja eli neuraalilaskentaa on käytetty erilaisten prosessien analysointiin. Eräs tunnettu neuroverkkomalli on SOM (self oriented map). Tällaisten algoritmien avulla muodostetaan lähtösuureiden vektoreista tietokanta hyvien prosessitilantei20 den avulla. Prosessitilanteessa saaduista mittausarvoista lasketaan mittausvektori, jota verrataan tietokannan vektoreihin.

Jos nämä poikkeavat tietyllä kriteerillä kaikista vektoreista, pyritään analveeimaan, mikk

25

Usein neuroverkkotekniikkaa sovellettaessa on otettu mukaan suuri joukko prosessin muuttujista, mutta tulokset eivät ole olleet tyydyttäviä. Ilmeisesti osa lähtösuureista on ollut erityisen epävakaita, jolloin ne ovat sekoittaneet tutkimuksia eivätkä ole edustaneet kunnolla prosessitilannetta.

Patenttijulkaisuissa US 5,393,399 ja EP 692711 on esitetty eräitä polarograafisia antureita käyttäviä nesteanalysaattoreita. Suomalaisessa patenttihakemuksessa 892351 on esitetty lisäksi eräs kertakäyttöinen sähkökemiallinen anturi, joka on tarkoitettu lääketieteelliseen käyttöön. Yleisesti tunnettujen antureiden käyttöalue on kapea ja ne pystyvät mittaamaan vain

harvoja ennalta määrättyjä aineita ja niiden pitoisuuksia nesteessä.

Tämän keksinnön tarkoituksena on aikaansaada uudenlainen menetelmä ja sänkökemiallinen anturi tätä värten, jossa meneteimä antaa parempia ja vakaampia tuloksia kuin aikaisemmat ratkaisut.

Keksinnön mukaisen menetelmän tunnusmerkilliset piirteet on s, estretiv chelmins parenttivaatimuksessa 1 ju vastaavan polanograafisen anturin tunnusmerkiiriset pirlicet on estocity patenttivaatimuksessa 7. Sähkökemialliset mittaukset antavat tiettyjä jännitetasoja. Sinänsä keksinnön mukaan ei yleensä määritellä, mitkä aineet tai yhdisteet aikaansaavat saadut 15 vasteet, mikä sinänsä on mahdollista, vaan mittauksista saadaan hyviä prosessitilanteita varten ns. "sormenjälkiä". Sähkökemialliset mittaukset vaativat luotettavan ja toistettavan tuloksen aikaansaamiskeksi tueksensa joko laitoksen prosessitietoja, erityisesti sakeus-, virtaus- ja pH-arvoa, ja/tai haju-20 mittauksia mitatuista nesteistä. On nimittäin havaittu, että jonkun yhdisteen voimakkaat vaikutukset saattavat olla nähtävierā helportā "hadnvektarista" vaikka pelkāt nestect tutkimuksessä havaltaah välsih Vaimea Vaste. Tairaisia hajuventereita antavat esimerkiksi bakteerikasvustot tai tietyt päällyste-25 aineet. Haju tutkitaan nesteestä siten, että nesteen kaasujen annetaan vapautua esim. ilmatilaan, johon hajuanturi sijoitetaan. Eräs tällainen hajuanturi on esitetty esimerkiksi WOjulkaisussa 97/05476.

30 Yleensä sähkökemialliset mittaukset edellyttävät näytteen vakiointia ja usean elektrodiparin käyttöä, mutta tässä tämä ei
oletrapeen, kunhan muutokset mitataan ja saatu tieto käytetään
neuroverkko laskennassa. Elektrodiparien muodostamat mittauskennot ja yleensä myös pH- sekä lämpötila-anturit muodostavat
näytteestä perustulosavaruuden, johon lisätään tiedot esim.
sakeus- ja/tai hajumittauksista. Edullisimmin sähkökemialliset

mittaukset suoritetaan monitunnistinkennossa, jossa elektrodiparit on järjestetty säteittäisesti tulokanavan suhteen, johon
on sijoitettu yhteinen bias-elektrodi. Tämän avulla mittaukset
eivät häiritse toisiaan ja kussakin mittauksessa nesteellä on
samat ominaisuudet. Sarjassa on ainakin koime, eduirisimmin
neljä elektrodia.

Seuraavassa keksintöä kuvataan viittaamalla oheisiin kuviin, jotka esittävät erästä keksinnön mukaista menetelmää ja siinä kävyettyä anturia sekä ohdelmaa

- Kuva 1 esittää neuroverkkomallia prosessin analysoimiseksi
- Kuva 2 esittää sähkökemiallisesti mitattavan nesteen virtauskaaviota
- 15 Kuva 3 esittää monitunnistinanturin halkileikkausta
 - Kuva 4 esittää kuvan 3 monitunnistinanturin poikkileikkausta
 kuvan 3 kohdalta IV IV
 - Kuva 5 esittää kuvan 3 anturin rotametrijärjestelmää päältä nähtynä
- 20 Kuva 6 esittää kuvan 3 anturin rotametrijärjestelmää
 - Kuva 7 esittää monitunnistinanturin elektronista piirilevyä

line-anturin, jolla tunnistetaan tarkkailtavaan, prosessista otettavaan nesteeseen liuenneita aineita ja niiden pitoisuus-muutoksia identifioimatta kuitenkaan näitä aineita. Prosessitilanteiden tunnistus perustuu työelektrodeilla tapahtuviin sähkökemiallisiin ilmiöihin, ph- ja lämpötilamittauksiin sekä tietokoneen avulla toteutettuun keinoälyyn, joka hyödyntää ennakkoon määriteltyä tietokantaa sekä valittua lisäinformaatiota. Tämä voi olla laitoksen normaalia prosessitietoa ja/tai hajumittauksia samasta nesteestä.

Kuvan 1 mukaisesti prosessitilanteiden tunnistus tapahtuu säh-35 kökemiallisten, hajumittausten ja prosessitiedon perusteella. Valittu tieto syötetään neuroverkko-ohjelmaan (SOM tai joku muu neuroverkko-ohjelma), jossa mittaustuloksista muodostetaan moniulotteisessa avaruudessa oleva suuntavektori, jota verrataan laitteen muistissa oleviin laitteelle opetettuihin vektoreihin, jotka edustavat hyviä prosessitilanteita. Jos saatu vektori on tarpeeksi lähellä kirjastossa olevaa vektoria, niin tämä tunnistetaan hyväksi prosessitilanteeksi, muuten etsitään ne erot lähtösuureissa, jotka ongelman aiheuttavat.

Vektorikirjasto muodostetaan etsimällä hyviä prosessitilanteita la riprametir l'Emiestolmä vviituillo ressessitilant∈illa las tallettamalla näistä saadut suuntavektoiit laitteen muistiin. Näistä anturisignaaleista muodostettuja suuntavektoreita "prosessitilanteiden tunnistinjälkiä" voi olla laitteen muistissa useita satoja. Hyvien prosessitilanteiden valinta voi tapahtua 15 luonnollisesti myös jälkeenpäin perusteellisen analysoinnin jälkeen. Laite muodostetaan edullisesti modulaariseksi, jolloin laitteisto on helposti muokattavissa erilaisiin sovellutuksiin. Mittausanturi on yksi kompakti paketti, joka sisältää mittauskennot ja galvaanisesti erotetun elektroniikan. Varsinainen 20 tiedonkäsittely, tunnistus ja suuntavektorikirjaston ylläpito tapahtuu erillisellä kaupallisella ja nopealla, tehokkaalla mikropropopopolikortilla epin FO-100 Most elementit evat itsenaisia paketteja, jotka ilitetaan toisiinsa kiinteaila virtauskanavalla.

25

Kuvan 2 mukaisesti sähkökemiallisen mittauksen nestevirtauspiiriin kuuluu venttiili 12, anturiyksikkö 16, virtausmittarit 17, pH:n mittausanturi 15, ja lämpötilamittaus 18.

30 Näytelinja on muodostettu niin väljäksi ja juohevaksi, ettei edes kuitumaisen näytteen suodatus ole tarpeen. Tällöin vältytään suodatuksen aiheuttamalta muutokselta näytteessä.

Varsinainen aineiden tunnistusanturi 16 koostuu edullisemmin 35 kuudesta tai useammasta mittauskennosta, jotka sijaitsevat säteittäin bias-elektrodin ympärillä.

Kuvan 3 mukaisessa järjestelyssä mittauskennossa 16 olevat työelektrodit 27 viritetään herkiksi tutkittaville aineille syöttämällä virtaa differentiaalivahvistimilla kunkin vastateiktiedin 25 ja 1100ksen kautta työelektrodin 27 ja referenssielektrodin 28 välillä. Virran suuruus määräytyy tavoitepotentiaalista, liuoksen ominaisuudesta ja työelektrodien materiaalista. Tavoitepotentiaalit määritellään mittalaitteella ajetyisit vilarisaatiokäyristä. Vaihtoehtoisesti mittaus suoritetaan galvanestastelsesel, jolloth vilta-arvo uleeelaan vantekelja mitataan jännitevasteet liuoksen muuttuessa.

Laitteen mittauksen perustasoksi määritetään ne mittauskennojen virtasignaalitasot, jotka saadaan puhtaalla nesteellä esimerkiksi vedellä. Perustasoa päivitetään ajoittain laitteen muistiin, jos sen muutosnopeus ja suuruus eivät ole ennalta määriteltyjä tasoja suuremmat. Lisättäessä esim. ruokasuolaa puhtaasen veteen, virtasignaalitasot muuttuvat suhteessa perustasoon ja toisiinsa verrattuna. Näistä saaduista mittaussignaaleiden suhteellisista muutoksista määritellään lisätty aine ja sen määrä.

Jokaisella mittauskennolla on oma analoginen mittauselekt25 roniikkakortti, ja itse diagnostiikkaan liittyvät mittaukset.
Analogiakortti kytketään väylällä mittausanturin tietokoneeseen.

Mittaukset voidaan tehdä myös pelkillä referenssi- ja työelekt30 rodien välisillä jännite-eroilla ilman virtasyöttöä, mikä antaa
oman tulosavaruutensa. Samoin polarisaatiokäyristä voidaan
johtaa ns. Taffelin suorien väliset kulmakertoimet, jotka kuvaavat kulloistakin konsentraatiota liuoksessa.

35 Ohjelmisto jakautuu useaan eri osa-alueeseen: lepopotentiaalien mittaus, polarisaatiokäyrien ajaminen, tunnistettavien ja häi-

riöaineiden opettaminen ja varsinainen prosessitilanteiden tunnistus. Polarisaatiokäyrien ajaminen tapahtuu antamalla mittauskennolle lähtö- ja loppupotentiaalit, muutospotentiaali ja tasoittumisaika. Nesteenä käytetään ns. tutkittavaa puhdasta nestetta, esimerkiksi puhdasta pohjavetta.

Tämän jälkeen ajaminen käynnistetään, jolloin potentiostaatille annetaan tavoitteeksi lähtöpotentiaali ja potentiostaatti ajaa referenssi- ja työelektrodin väliin halutun jännitteen syöttän. mällä virtas vastakirktrodin fa liuoksen kautta työelektrodilic. Fotentidali pysy, tassa potentiäälialvossa tasoittumisäjän, jonka jälkeen suoritetaan virranmittaus. Seuraavaksi annetaan potentiostaatille uusi tavoite, joka on muutospotentiaalia suurempi kuin edellinen tavoitearvo. Tässä arvossa jälleen 15 potentiaali pysyy tasoittumisajan, jonka jälkeen uudelleen mitataan virta. Tällä tavoin jatketaan, kunnes saavutetaan loppupotentiaali. Näistä saaduista potentiaali- ja virta-arvoista piirretään käyrä, josta nähdään haluttu tavoitepotentiaali. Jokaiselle elektrodiparille valitaan tavoitepotentiaali 20 polarisaatiokäyrän vaakasuoralta osalta, jossa sähkökemialliset reaktiot ja siten anturin antamat virtasignaalit ovat minimis-នងីងី1.

Opetus- ja tunnistustilassa potentiostaatteihin asetetaan nämä tavoitepotentiaalit ja näillä tavoitepotentiaaleilla saadut anturin virtasignaalit ovat nk. anturin perustaso, johon muutoksia verrataan.

Opettaminen tapahtuu kierrättämällä tunnettua ainetta anturin 30 läpi ja mittaamalla tästä saadut virta-arvot. Näistä saaduista virta-arvoista muodostetaan erillisellä ohjelmalla luokkavektori. Eri aineista saadut luokkavektorit talletetaan laitteen muistiin ainekirjastoksi.

35 Tunnistaminen suoritetaan mittaamalla nesteestä saadut virtaarvot ja muodostamalla siitä luokkavektori. Tästä saatua luokkavektoria verrataan laitteen muistissa oleviin vektoreihin. Jos mitattu vektori on tarpeeksi lähellä jotain laitteen muistissa olevaa vektoria, niin tämä tunnistetaan täksi aineeksi.

kanavalevy 20, elektrodikansi 19, piirikortti 40 ja kansilevy 21. Pohjaosassa 22 on tulokanava 23, joka jakautuu kanavalevyssä 20 säteittäisesti mittauskanaviin 25, joiden päässä on elektrodikannen lävistävät poistokanavat 24. Nämä on pareittain yhdistetty välikanavien 30 avvila yhteen kansilevyssä 21 fossa on myös valinandisesa sa perojamaise jassa 21. jossa päää esitetyt rotametrit on yhdistetty liittimien 32 avulla.

Kanavalevy 20 ja elektrodikansi 19 on valmistettu teflonista.

15 Elektrodit 26, 27, 28 ja 29 on kiinnitetty elektrodikanteen 19 siten, että niiden toinen pää ulottuu kanavaan 25 ja vastakkainen pää voidaan kytkeä suoraan piirikorttiin 40. Mainitut elektrodit on asetettu säteittäin virtauskanavien 25 mukaisesti. Biaselektrodi 26 on sijoitettu tulokanavan 23 kohdalle.

20

Elektrodien 27 - 29 ympärille piirikortin 40 puolella on sovitettu suojamaadoitettu lieriä, joka ulottuu ainakin kolmasosan tynyydelle uleneluuluunttu – mania – mania – mania kohinatasoa huomattavasti.

25

Elektrodiparien materiaalit valitaan halutun sovellusalueen mukaisesti. Oleellista on se, että kukin elektrodipari on erilainen ja mittaa omalla jännitealueellaan näytteen ominaisuuksia. Elektrodien materiaalina voivat olla esim. platina, kulta, hopea, rauta Fe3, rauta Fe2, ruostumaton teräs, molybdeeni, sinkki, titaani, cadmium, kupari, lasi, sähköä johtava muovi, keraami.

Hajutieto prosessinesteestä otetaan siten, että kaasujen anne-35 taan kulkeutua vapaan nestepinnan yli kaasutilaan, josta kaasua johdetaan hajuanturille. Kuvissa 6 ja 7 on esitelty anturin poistovirtausjärjestely. Virtausmittarit 35, tässä rotametrit on liitetty liittimien 32 avulla ja poistokanavien 31 kautta välikanaviin 30. Säätöventtiililä 35' asetetaan virtaus kussakin linjassa yhtä suureksi. Virtausmittarien 35 poistot on kytketty yhteen jäkökappaleeseen 36, jonka sisälle on asetettu ph-mittarin 37 anturi. Jakokappa-

Poistoyhteeseen 38 liittyy vesilukko 39, joka estää pH-anturin suivumisen seisekkitilanteessa famein itte mittauskennoon ää nestettä estäen elektroolen 20 markumusen.

leen 36 keskelle on liitetty yhteinen poistolinja 38.

Keksinnön mukaisen anturin toiminnan kannalta on oleellista, elektrodeihin liittyvät esivahvistimet on koottu kompaktiin piirikorttiin 40, kuva 7. Elektrodisarjat on liitetty suoraan piirilevyyn liitinsarjoihin 41, joissa on omat johdeliittimet 42 itse elektrodeja varten ja toiset johdeliittimet 43 suojamaadoitusta varten. Esivahvistimet on sijoitettu säteittäisten elektrodisarjojen väliseen tilaan 44, jolloin kytkentäetäisyys jää minimiin. Piirikortin avulla vahvistetut mittaussignaalit johdetaan anturirungon ulkopuolelle alueelle 45, jossa on mittausrignaalia käsitoleviä piire 15 in miestule-liittimet.

Patenttivaatimukset

- 1. Menetelmä paperinvalmistusprosessin analysoimiseksi, jossa prosessista mitataan ainakin yhdestä nestevirtauksesta useita sankokemialiisia suureita ja maalitetaan hyvien piosessitilanteiden mukaisia sormenjälkiä, joihin normaalissa prosessitilanteessa saatuja sormenjälkiä verrataan ja määritetään oleellisen muutoksen aikaansaavat erot lähtösuureissa, tunnettu siitä, että käytetään mittauksessa lisänä ainakin yhtä seuraavista
 - prosessitemnisia mittaumset, muten sameumsia, lampotilioja, virtaus- ja pH-arvoja,
 - hajumittaukset kaasuista ainakin yhdestä nestevirtauksesta vapaan nestepinnan yli kaasutilaan.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä paperinvalmistusprosessin yhteydessä, <u>tunnettu</u> siitä, että prosessista mitataan ainakin yksi tai useampi sakeus-, pH-arvo ja/tai yksi tai

useampi virtausmäärä.

20

- 3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, <u>tunnettu</u> siitä, ...a. eähkäkenialliset mittaukset tehelään trinintaan riippumattumasti vanintaan kolmeila elektrodisarjalle kukin kasittaen ainakin virtaussuunnassa peräkkäiset työ-, referenssi-, ja vastaelektrodin (27, 28, 29) sekä kaikille elektrodisarjoille yhteisellä bias-elektrodilla (26).
- 4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, <u>tunnettu</u> siitä, että elektrodisarjat (27, 28, 29) on asetettu tulokanavasta (23) säteittäisesti johdettuihin mittauskanaviin (25) ja yhteinen bias-elektrodi (26) on sijoitettu tulokanavaan (23).
- 5. Patenttivaatimuksen 3 tai 4 mukainen menetelmä, <u>tunnettu</u> siitä, että mittaukset tehdään ainakin yhdestä kuitupitoisesta 35 nestevirtauksesta ja mittauskanavat (23, 25, 30) on sovitettu

niin väljiksi, että myös kuitupitoinen neste läpäisee ne aiheuttamatta tukkeutumisvaaraa.

- 6. Jonkin patenttivaatimuksen 1 3 mukainen menetelmä, <u>tunnet-</u> 5 <u>tu</u> siitä, että sähkökemiallisia elektrodisarjoja (26 29) on kuusi ja niiden poistokanavat (24) on pareittain kytketty yhteen ja edelleen nämä parit virtausmittarin (35) kautta yhteiseen poistolinjaan (38).
- ri nesteen analysolmiseksi, jossa anturissa on mittauskennon, jonka läpi neste johdetaan ja jossa on useita elektrodisarjoja (26, 27, 28, 29) kuhunkin sarjaan kuuluessa ainakin työelektrodi (28) ja vastaelektrodi (29) sekä kuhunkin sarjaan liittyen esivahvistin heikon mittaussignaalin vahvistamiseksi, tunnettu siitä, että tulokanavassa (23) on yhteinen referenssi/biaselektrodi (26), jolloin kussakin mittauspiirissä on ainakin kolme elektrodia ja sarjat on sijoitettu sinänsä tunnetulla tavalla tulokanavan (23) suhteen säteittäisiin mittauskanaviin
- S. Patenttivaatimuksen 7 mukainen antoni <u>topnettu</u> siitä, että sanottuihin elektrodisarjoinin (27, 20, 29, kudruu kununkin oma referenssielektrodi (28), jolloin kussakin mittauspiirissä on neljä elektrodia keskielektrodin ollessa yhteinen bias-elektrodi (26).
- 9. Patenttivaatimuksen 7 tai 8 mukainen anturi, <u>tunnettu</u> siitä, että ainakin yhden elektrodin (26, 27, 28, 29) materiaali kuu- 30 luu ryhmään: platina, kulta, hopea, rauta Fe_3 , rauta Fe_2 , ruostumaton teräs, molybdeeni, sinkki, titaani, cadmium, kupari, lasi, sähköä johtava muovi, keraami.
- 10. Patenttivaatimuksen 7 tai 8 mukainen anturi, <u>tunnettu</u> sii-35 tä, että kuhunkin sarjaan liittyvä esivahvistin on sijoitettu

elektrodisarjojen väliseen tilaan (44) kunkin elektrodisarjan (27 - 29) välittömään läheisyyteen.

- 11. Patenttivaatimuksen 10 mukainen anturi, <u>tunnettu</u> siitä, että anturin kuuluu sätenttäiset kanavat (20) ainakin yhdelta puolelta kattava elektrodikansi (19), johon elektrodit on kiinnitetty niiden ulottuessa mainittuihin kanaviin (25) ja vastakkaisella puolella erityiseen elektroniseen piirikorttiin (40), johon mainitut esivahvistimet on asennettu.
 - 12. Fatenttiväätimuksen 11 mukainen antuil, <u>tunnettu</u> siitä, että elektrodien (27 29) ympärille piirikortin (40) puolella on sovitettu suojamaadoitettu lieriö, joka ulottuu ainakin kolmasosan syvyydelle elektrodikantta (19).

13. Patenttivaatimuksen 7 - 12 mukainen anturi, <u>tunnettu</u> siitä, että anturin putkistot on sovitettu siten, että seisokkitilanteessa anturien ympärille jää nestettä.

15

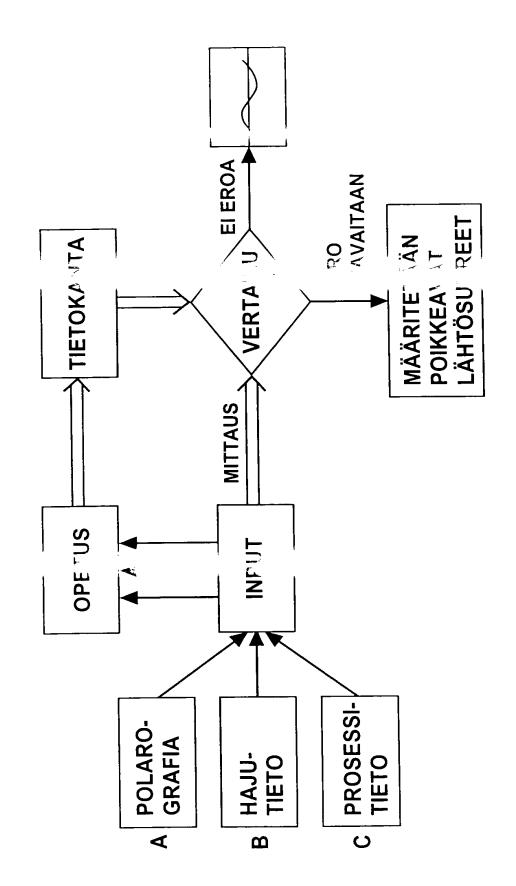
(57) TIIVISTELMÄ

Keksinnön kohteena on menetelmä paperinvalmistusprosessin analysoimiseksi, jossa prosessista mitataan ainakin yhdestä nestevir-

ja määritetään hyvien prosessitilanteiden mukaisia sormenjälkiä. Mittauksessa käytetään lisänä ainakin yhtä seuraavista ryhmistä:

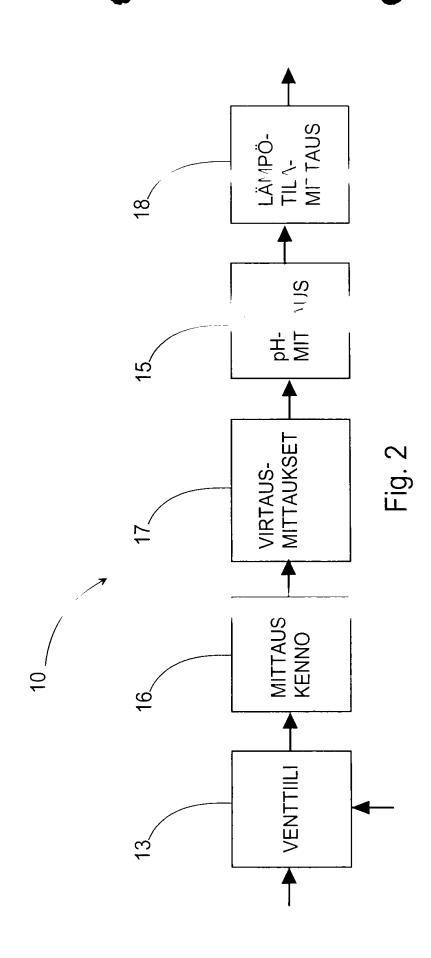
- prosessiteknisiä mittaukset, kuten saneuncut uling arvoja,
- hajumittaukset kaasuista ainakin yhdestä nestevirtauksesta vapaan nestepinnan yli kaasutilaan.

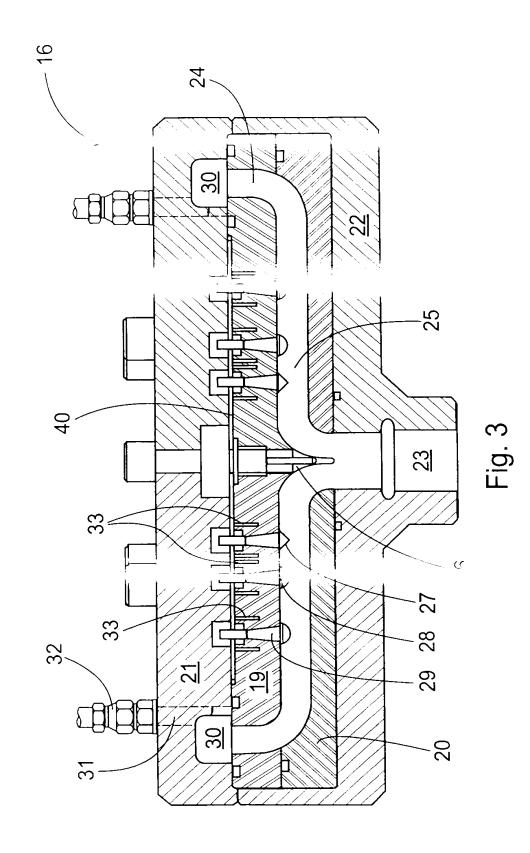
Keksintö liittyy myös sähkökemialliseen anturiin.



12

Fig. 1





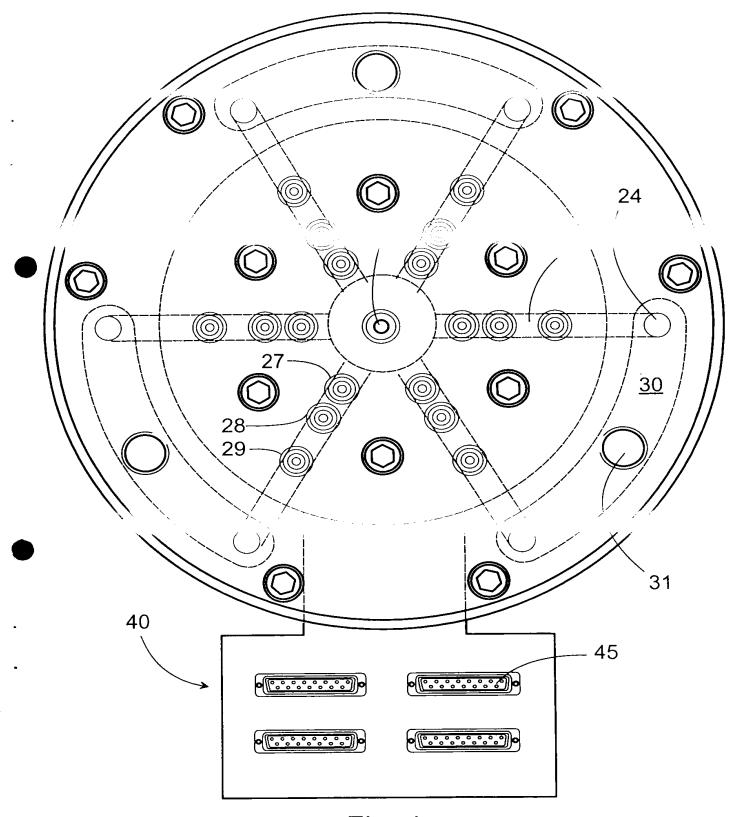
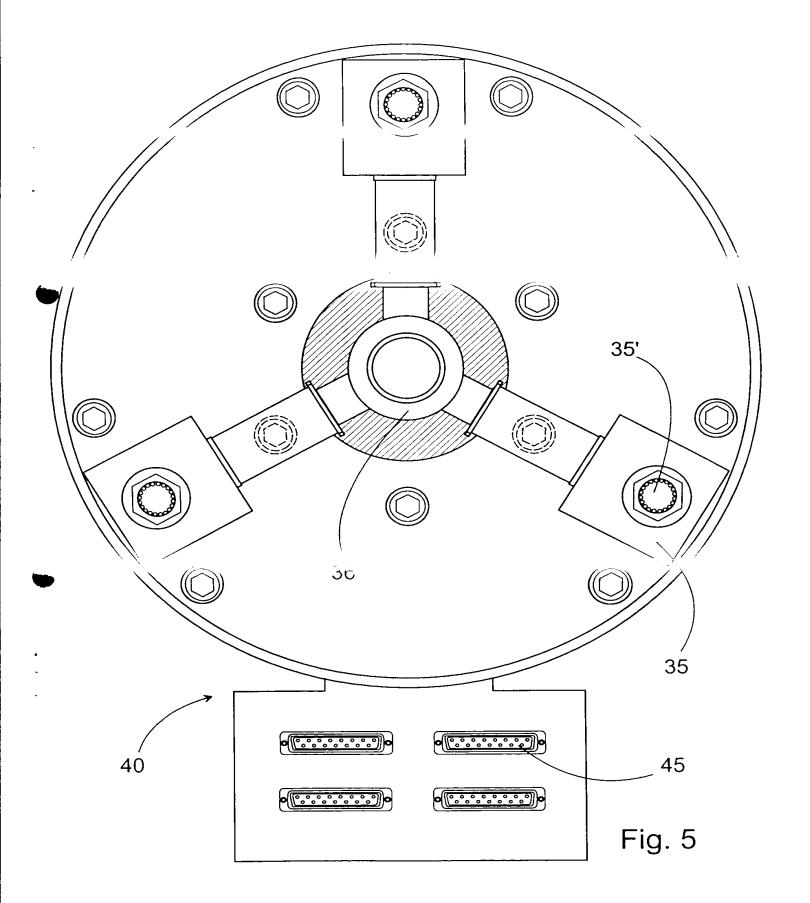


Fig. 4



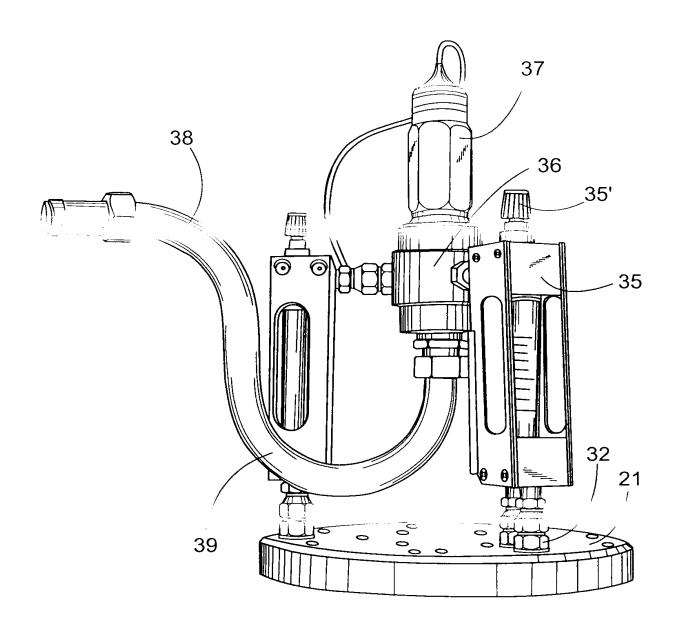


Fig. 6

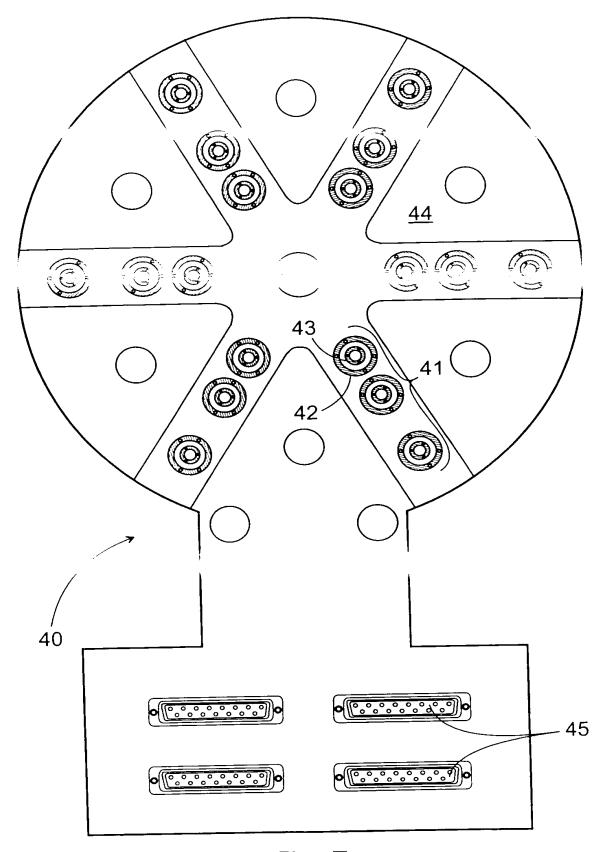


Fig. 7